



① 日本国特許庁

# 公開特許公報

特 許 願 (03)

(4,000円)

昭和 50 年 12 月 16 日

⑪特開昭 52-72726

特許庁長官 齋藤英雄殿

⑬公開日 昭52.(1977) 6.17

⑭特願昭 40-148840

⑮出願日 昭50.(1975) 12.16

審査請求 未請求 (全4頁)

1 発明の名称

スイヨウセイモルヨウ セイノウキョウ  
水溶性染料の製造方法

2 発明者

カワサキンタマクヲヨガオカ  
住 所 神奈川県川崎市多摩区千代ヶ丘7丁目1番14号  
氏 名 イマセ 堀 精 一

(ほか2名)

庁内整理番号

6f6147

3 特許出願人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号  
氏 名 (596) 三菱化成工業株式会社  
代表取締役 鈴木 永 二

4 代理人 〒100

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 三菱化成工業株式会社内  
氏 名 (6805) 弁護士 長谷川 一

(ほか1名)

⑫日本分類

2J A0-

⑬ Int. Cl<sup>2</sup>

C09B 47/00

識別  
記号

5 添付書類の目録

(1) 明細書 1通 (2) 委任状 1通 (3) 願書副本 1通

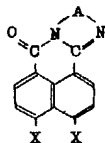
## 明 細 書

1 発明の名称

水溶性染料の製造方法

2 特許請求の範囲

一般式〔I〕



.....〔I〕

(式中、Aは置換基としてアルキル基、アルコキシ基、ニトロ基またはハロゲン原子を有していてもよいアリーレン基を示し、Xはハロゲン原子を示す。)

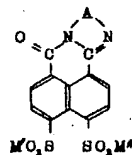
で表わされる化合物を一般式〔II〕

M<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>

.....〔II〕

(式中、Mはアルカリ金属を示す。)

で表わされる亜硫酸塩と反応させることを特徴とする一般式〔I〕



.....〔I〕

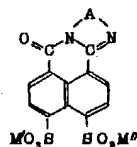
(式中、Aは前記一般式〔I〕における同一の意義を有し、M'およびM''は水素原子またはアルカリ金属を示す。)

で表わされる水溶性染料の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は、新規な水溶性染料の製造方法に関するものである。

更に詳しくは、本発明は一般式〔I〕



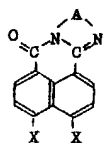
.....〔I〕

(式中、Aは置換基としてアルキル基、アルコキシ基、ニトロ基またはハロゲン原子を有して

いてもよいアリーレン基、 $M$ および $M'$ は水素原子またはアルカリ金属を示す。)

で表わされる新規な水溶性染料を工業的有利に製造することを目的とするものである。

しかしてこの目的は本発明の方法に従つて一般式〔II〕



.....〔II〕

(式中、 $A$ は前示一般式〔I〕における同一の意味を有し、 $X$ はハロゲン原子を示す。) で表わされる化合物を一般式〔III〕



.....〔III〕

(式中、 $M$ はアルカリ金属を示す。) で表わされる亜硫酸塩と反応させることによつて達成される。

式〔III〕で表わされる亜硫酸塩と水中で常圧ないしは加圧下で80〜250℃に加熱すればよい。亜硫酸塩の使用量は理論量以上ならば特に限定されないが、通常理論量の2〜5倍で充分である。反応時間は反応温度、亜硫酸塩の使用量に依存するが3〜20時間である。

反応後、反応生成物を取り出すには、析出結晶をそのまま濾取するか、あるいは溶解している場合には塩化ナトリウム、塩化カリウム、硫酸ナトリウムのような塩または塩酸のような酸で塩析または酸析後、析出物を濾取すればよい。前示一般式〔I〕で表わされる化合物が極めて収率よく高純度で得られるが、所望によつては再結晶その他精製処理によつて更に純度を高めることができる。

本発明方法によつて得られた水溶性染料は水に易溶で、中性ないし酸性浴から、羊毛のような含窒素系繊維材料を黄色ないし青味赤色に染色する。またこの染料の分子中に存在するスルホン酸基またはその塩の基を、適当な水に不溶

本発明を詳細に説明する。本発明方法の一方の原料である前示一般式〔II〕で表わされる化合物において、該式中の $A$ としては、たとえば4-フェニレン基、2,3-ナフチレン基、1,2-ナフチレン基または1,8-ナフチレン基などのアリーレン基があげられ、これらの基は更に置換分としてハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基またはニトロ基を有していてもよい。これらの置換基の具体例としては、4-クロロフェニレン基、4-メチルフェニレン基、4-メトキシフェニレン基、4-ニトロフェニレン基、ナフチレン基などがあげられる。 $X$ で表わされるハロゲン原子としては塩素原子、臭素原子などがあげられる。

また、他方の原料である前示一般式〔III〕で表わされる亜硫酸塩としては亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウムなどがあげられる。

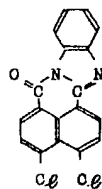
本発明方法においてスルホン化反応は一般に行なわれている方法が適用される。すなわち、前示一般式〔II〕で表わされる化合物を前示一般

性の基で置換すれば、ポリエステル系繊維のような疎水性繊維材料の染色に好適な分散染料が得られる。

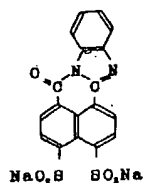
以下本発明を実施例にもとづいてさらに詳しく説明するが、本法はその要旨を越えない限り以下の実施例に制約されるものではない。

#### 実施例1

水400ml、亜硫酸ナトリウム50.4gの混合溶液に下記構造式



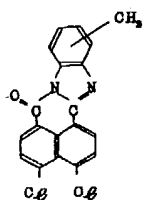
で表わされる化合物33.9gを加え、オートクレーブ中で攪拌加熱し、150℃で20時間反応させた。反応後一旦濾過して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム80gを加えて塩析し、析出する沈殿を濾取乾燥して下記構造式



で表わされる水溶性染料 46.2g を得た。本品の純度は 86% であつた。なお本品は pH 4 の酸性浴から羊毛を鮮明な赤味黄色に染めた。

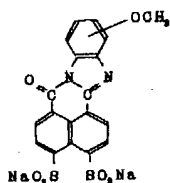
#### 実施例 2

水 300 ml、亜硫酸ナトリウム 50.4g の混合液に下記構造式



で表わされる化合物 35.3g を加え、オートクレーブ中で攪拌加熱し、180℃で12時間反応

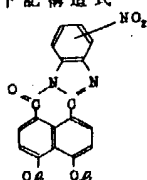
で表わされる化合物 36.9g を加え、オートクレーブ中で攪拌加熱し、250℃で6時間反応させた。反応後一旦冷却して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム 80g を加えて塩析し、析出する沈殿を採取乾燥して下記構造式



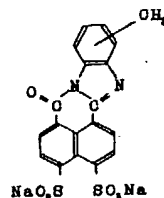
で表わされる水溶性染料 45.3g を得た。本品の純度は 81% であつた。なお本品は酸性浴から羊毛を鮮明な橙色に染めた。

#### 実施例 4

水 400 ml、亜硫酸ナトリウム 100.8g の混合液に下記構造式



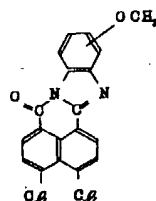
特開 昭52-72726(3)  
させた。反応後一旦冷却して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム 40g を加えて塩析し、析出する結晶を採取乾燥して下記構造式



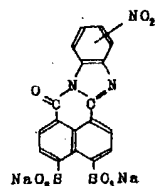
で表わされる水溶性染料 47.6g を得た。本品の純度は 85% であつた。なお本品は酸性浴から羊毛を鮮明な橙色に染めた。

#### 実施例 3

水 400 ml、亜硫酸ナトリウム 75.6g の混合液に下記構造式



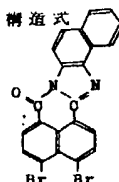
で表わされる化合物 38.4g を加え、オートクレーブ中で攪拌加熱し、200℃で10時間反応させた。反応後一旦冷却して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム 100g を加えて塩析し、析出する沈殿を採取乾燥して下記構造式



で表わされる水溶性染料 43.6g を得た。本品の純度は 78% であつた。なお、本品は羊毛を鮮明な赤味黄色に染めた。

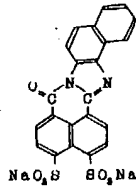
#### 実施例 5

水 400 ml、亜硫酸ナトリウム 116.4g の混合液に構造式



特開 昭52-72726(4)

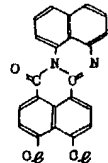
で表わされる化合物 47.8g を加え、オートクレープ中で攪拌加熱し、160℃で15時間反応させた。反応後一旦冷却して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム 80g を加えて塩析し、析出する沈殿を採取乾燥して下記構造式



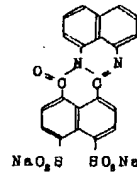
で表わされる水溶性染料 54.5g を得た。本品の純度は 84% であった。なお本品は羊毛を鮮明な橙色に染めた。

実施例 6

水 300 ml、亜硫酸ナトリウム 50.4g の混合溶液に下記構造式



で表わされる化合物 38.9g を加え、オートクレープ中で攪拌加熱し、220℃で10時間反応させた。反応後一旦冷却して微量の不溶分を除去した後、塩化ナトリウム 60g を加えて塩析し、析出する沈殿を採取乾燥して下記構造式



で表わされる水溶性染料 49.2g を得た。本品の純度は 86% であった。なお、本品は羊毛を青緑赤色に染めた。

出 願 人      三菱化成工業株式会社

代 理 人      弁理士 長谷川 一

ほか / 名

## 6 前記以外の代理人および 発 明 者

### (1) 代 理 人

住 所      東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 三菱化成工業株式会社内

氏 名      (7060) 弁理士 横 倉 康 男

### (2) 発 明 者

住 所      神奈川県横浜市緑区つつじが丘5番地 6

氏 名      村 田 勇 吉

住 所      東京都練馬区貫井3丁目3番21号

氏 名      前 田 修 一